

図4 P092 酢酸塩スケールアップ品の粉末 X 線回折パターンの比較

## 8.2 酢酸塩の熱分析 (DSC、TG-DTA) 測定結果

500mg スケールで再結晶調製された P092 酢酸塩について、示差走査熱量測定 (DSC) により熱分析を実施した結果を図5に示した。サンプルは 2mg 程度を秤取りし、昇温速度 5°C/分で室温から 160°Cまで走査して測定した。120°Cを超えた時点で吸熱ピークが認められ、その後ピークは発熱側にシフトし、連続して発熱ピークを生じた後にベースラインに戻り更に昇温していくと 200°Cの手前で分解と思われる吸熱が認められた。200°Cまで加熱したサンプルを取り出して確認したところ、炭化が始まっていて分解していることが確認された。また、170°Cまで加熱昇温したサンプルを取り出して確認したところ、白色の粉体状態が認められた。先の 120°Cを越えたところで始まる吸熱ピークの重量変化の有無を確認するために熱重量示差熱分析 (TG-DTA) を実施した結果を図6に示した。

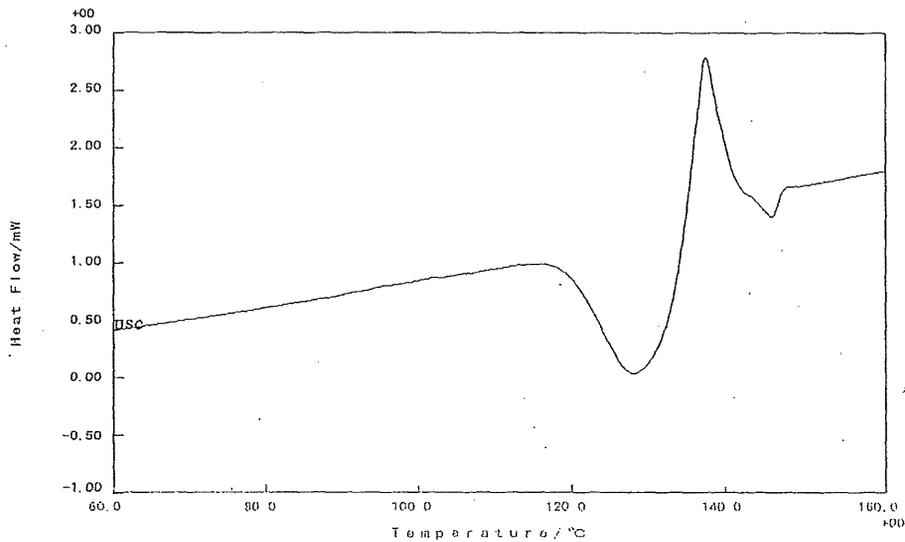


図5 P092 酢酸塩の熱分析 DSC データ

Model: TQ2120	Atmosphere: Air	Directory: C:\ThermoPlus DATA\data\
Sample: AcSHAcCN TG-1	Rate: 5.0°C/min	Meas File: AcSHAcCN TG-1.MES
Weight: 10.900mg	Sampling: 1.0 s	Resord: 2013/05/30 12:13:43
Reference: N	Operator: KA	Print Out: 2013/05/30 12:48:11
Sample Pan: AL		
Comments1:		
Comments2:		

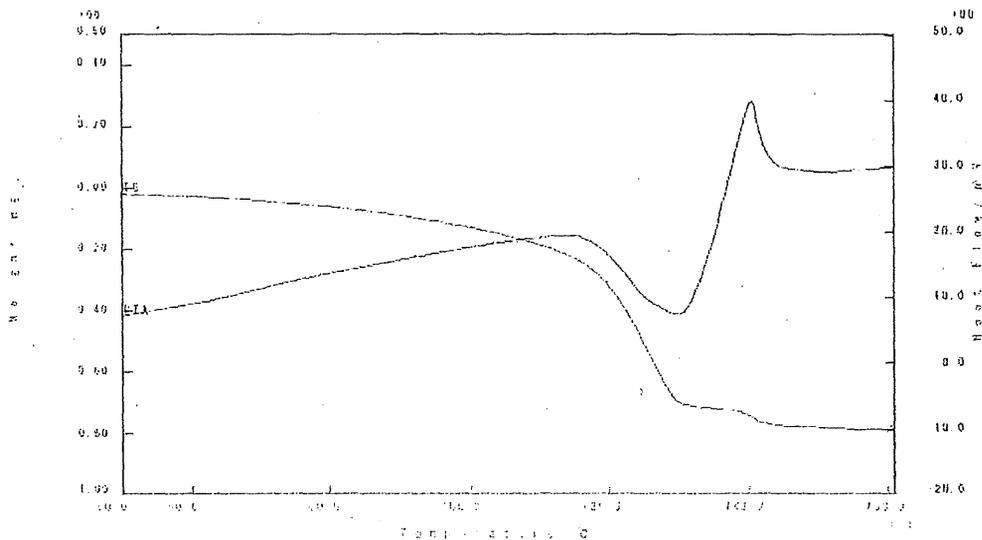


図6 P092 酢酸塩の熱分析 TG-DTA データ

### 8.3 P092 酢酸塩の熱分析によるデータと H-NMR データ

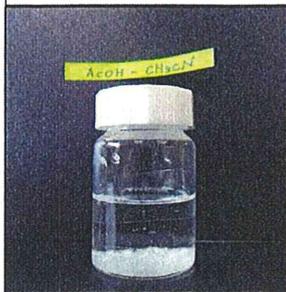
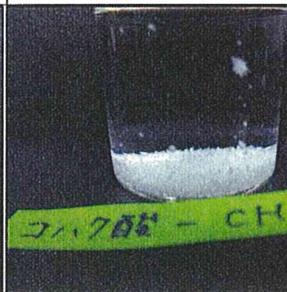
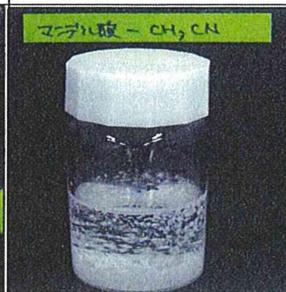
P092 酢酸塩の熱分析結果 (DSC 図5及び TG-DTA 図6) を解析するために、H-NMR 測定を行った。P092 酢酸塩を重クロロホルム溶媒に溶解して H-NMR 測定を行った (図7の下図)。また、160°Cまで加熱昇温した後室温に冷却したサンプルを同様に重クロロホルム

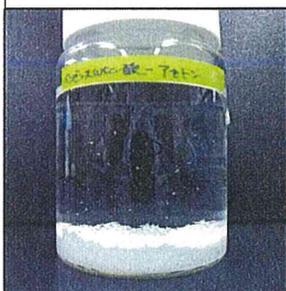
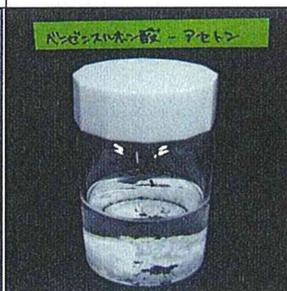
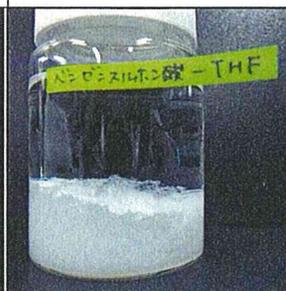
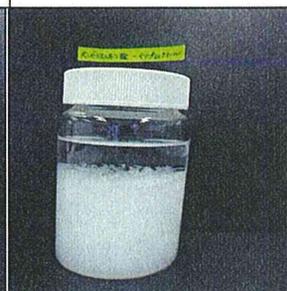


## 添付資料1 スケールアップ品結晶の写真データ

## 1. 結晶写真

## 1-1 スケールアップ品の結晶

酢酸-アセトニトリル	コハク酸-アセトニトリル	マンデル酸-アセトニトリル	マンデル酸-イソプロパノール
角ばった光沢のある結晶。	角ばった光沢のある結晶。	乾燥しにくく、細かい結晶。	とても乾燥しにくく、粒々した結晶。
			

フマル酸-アセトン	ベンゼンスルホン酸-アセトン	ベンゼンスルホン酸-THF	ベンゼンスルホン酸-イソプロパノール
結晶が細かく、ろ取がしやすい結晶。	嵩があり、細かい結晶。	嵩があり、細かい結晶。	嵩があり、細かい結晶。
			

## 2. 粉末 X 線回折データ

### 2-1 ベンゼンスルホン酸塩の粉末 X 線回折パターンの比較

図 8 は、貧溶媒にアセトン、イソプロパノール、THF を用いたベンゼンスルホン酸塩の X 線回折である。回折パターンはどれも同じとなり、結晶形が同一であることがわかる。

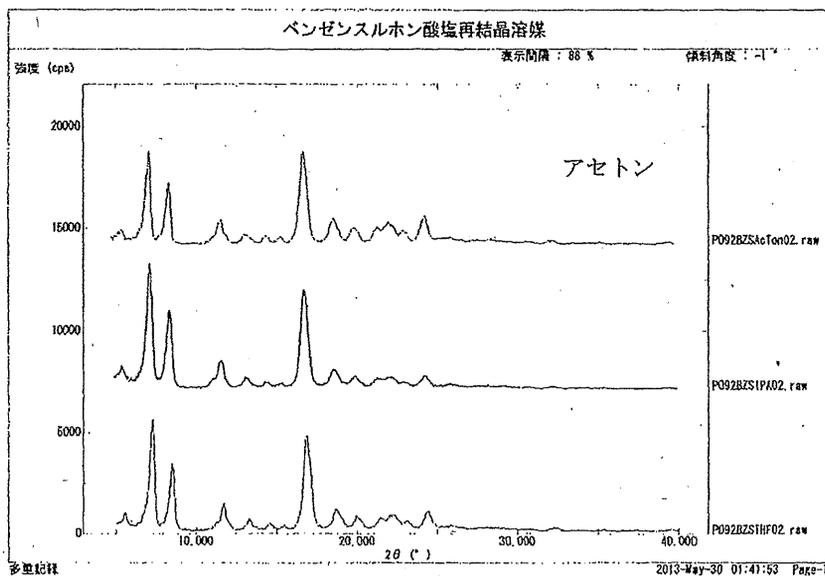


図 8 ベンゼンスルホン酸塩の粉末 X 線回折パターンの比較

### 2-2 マンデル酸塩の X 線回折の比較

図 9 は、貧溶媒にアセトニトリル、イソプロパノールを用いたマンデル酸塩の X 線回折である。2つの X 線回折パターンは異なり、結晶形が異なっていることがわかる。

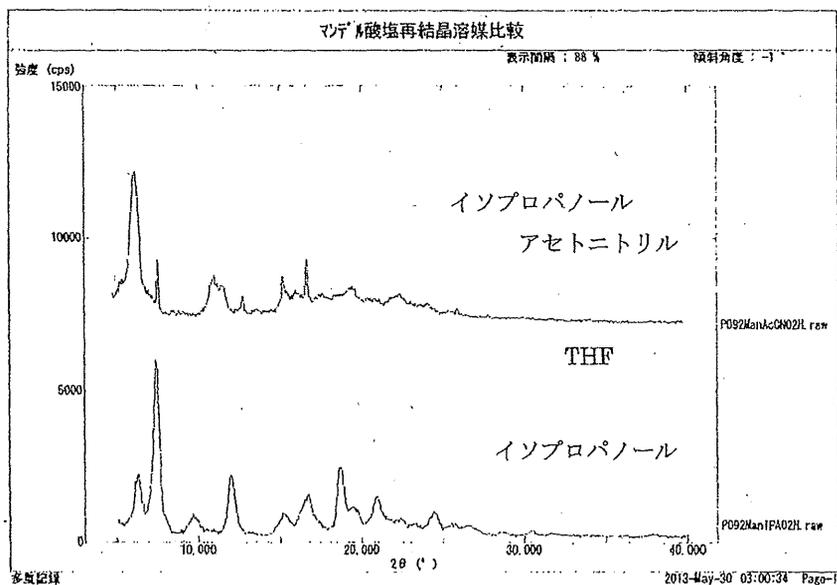
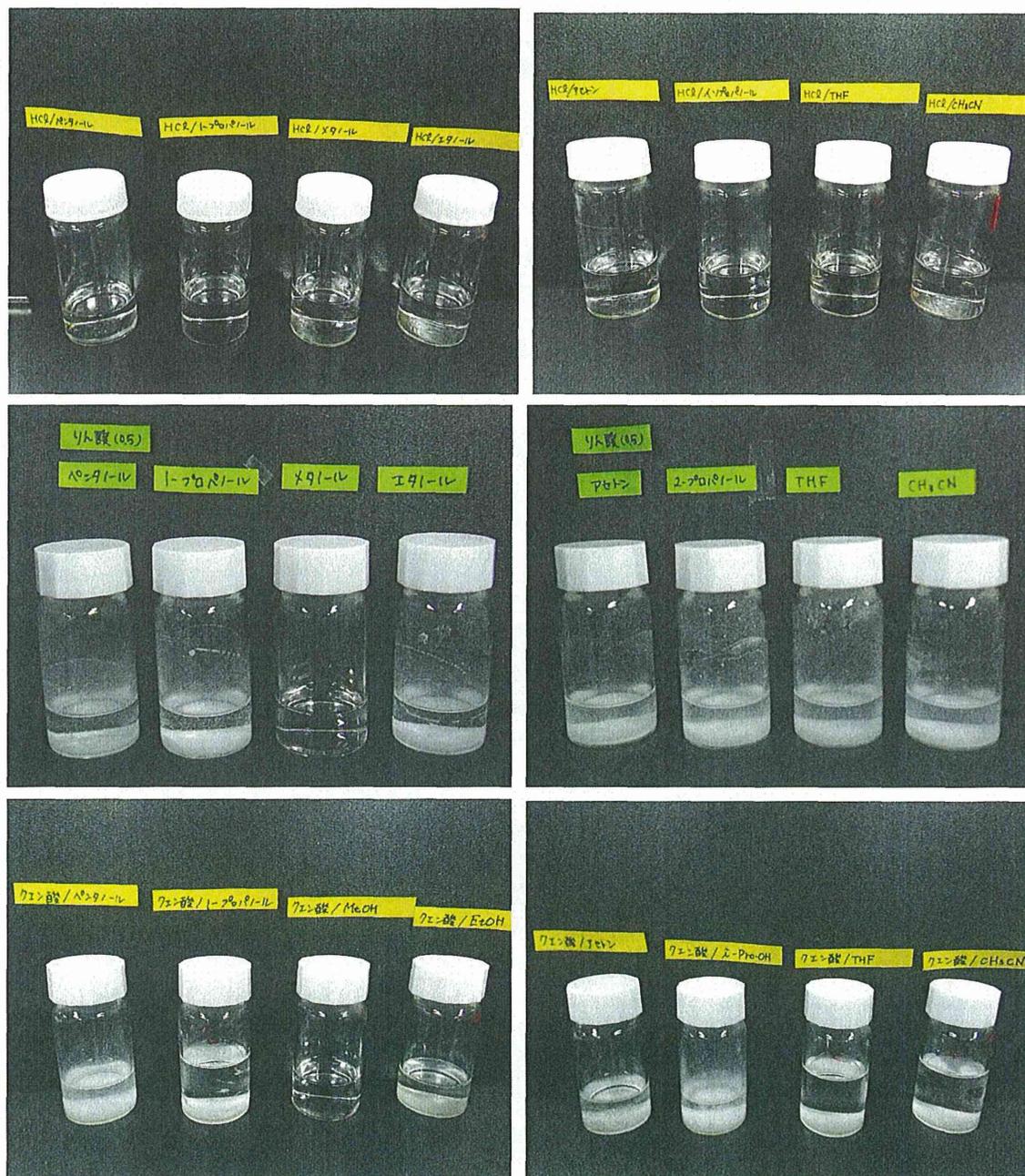
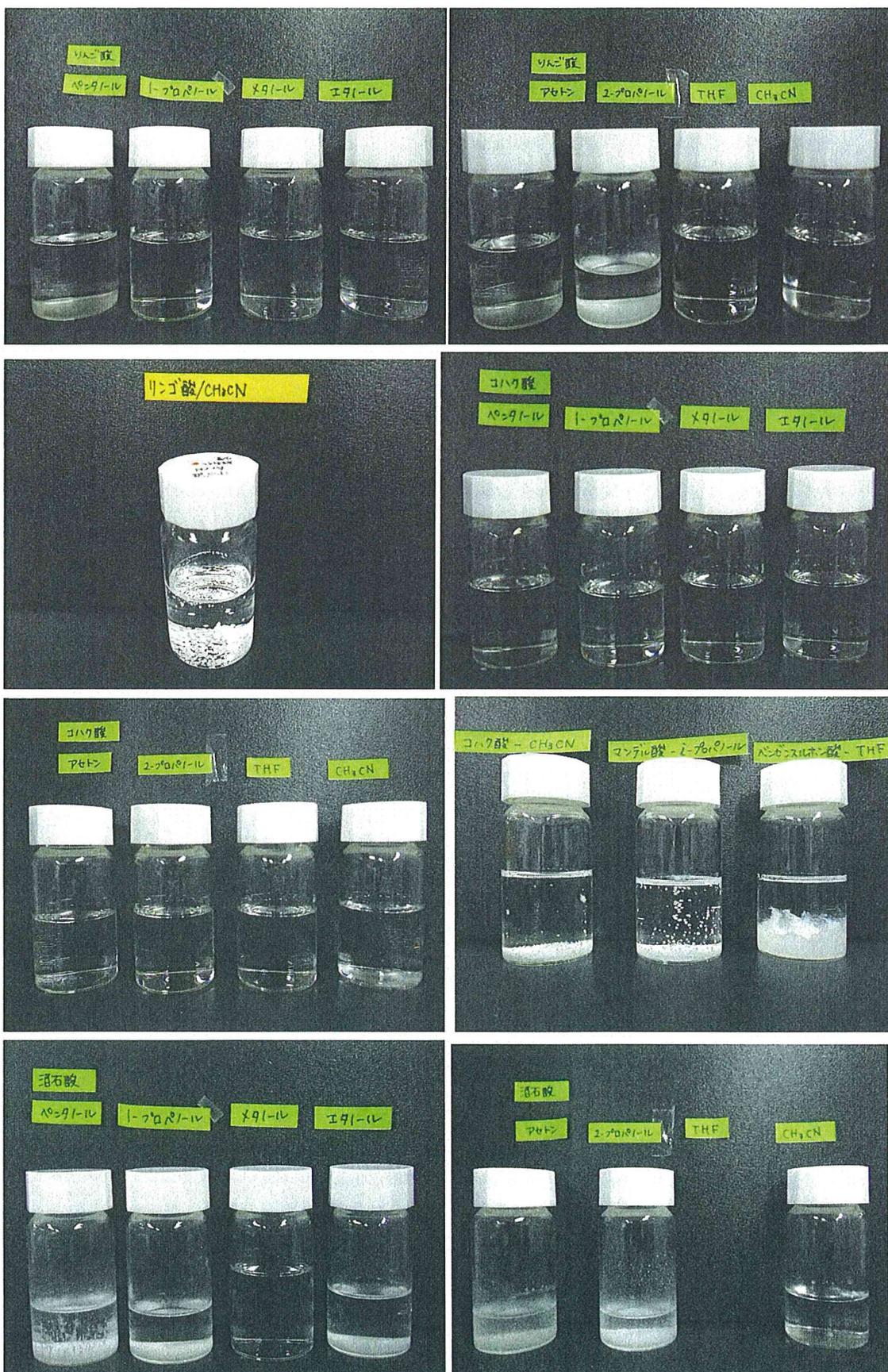


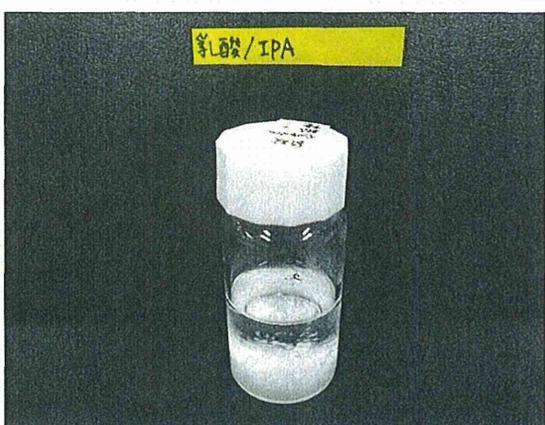
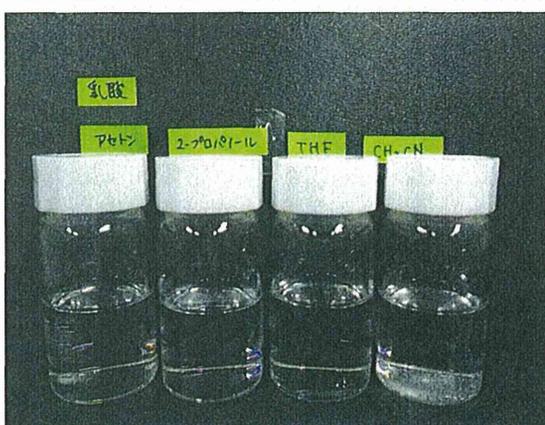
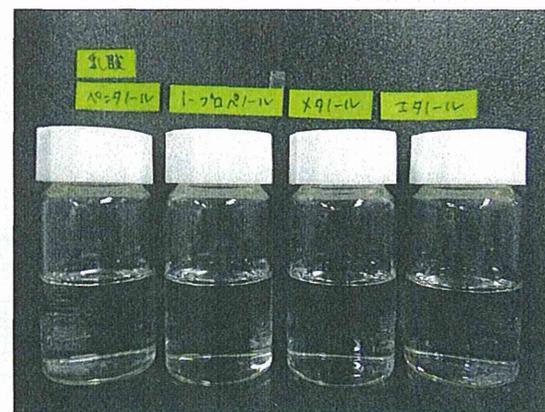
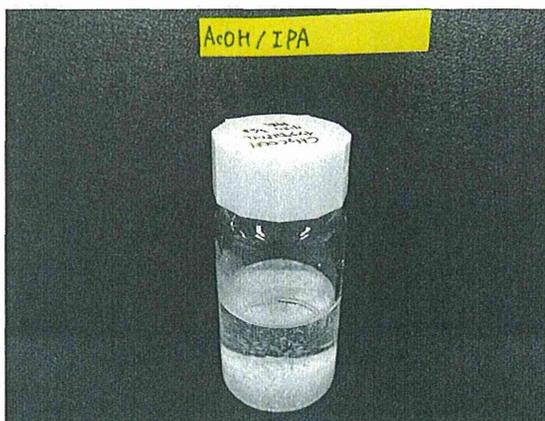
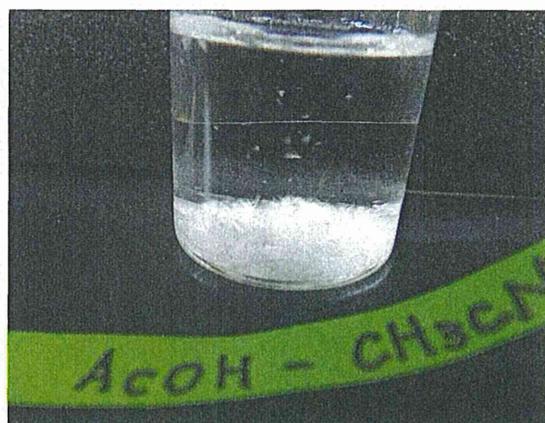
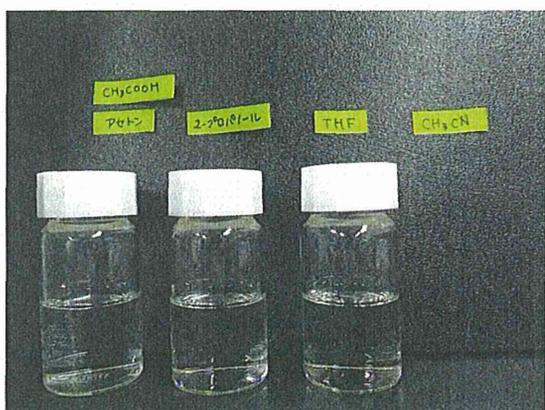
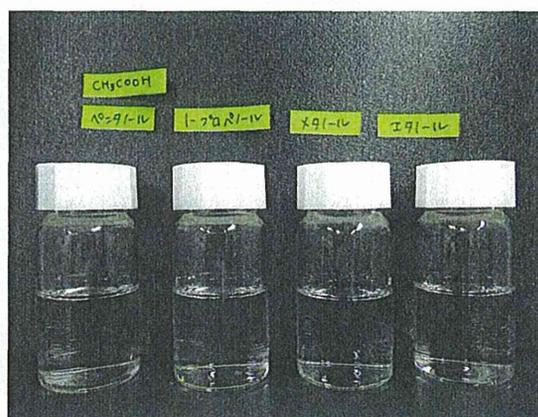
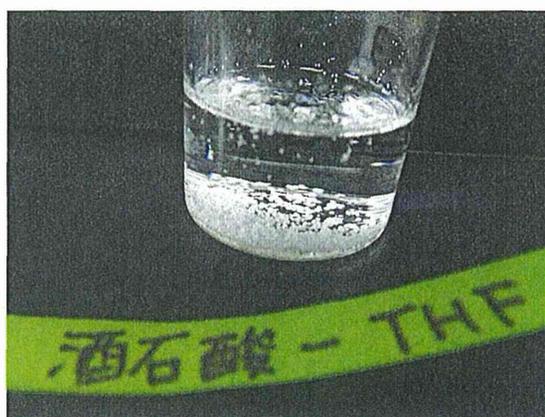
図 9 マンデル酸塩の粉末 X 線回折パターンの比較

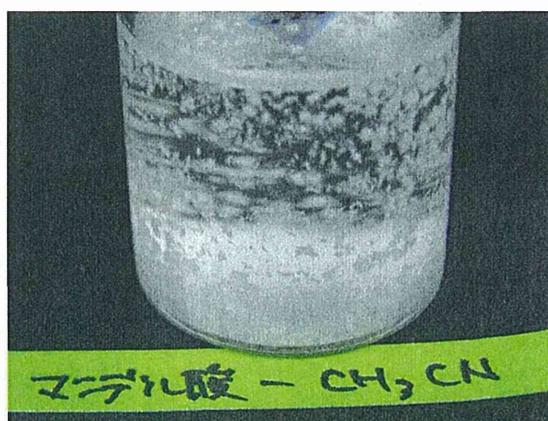
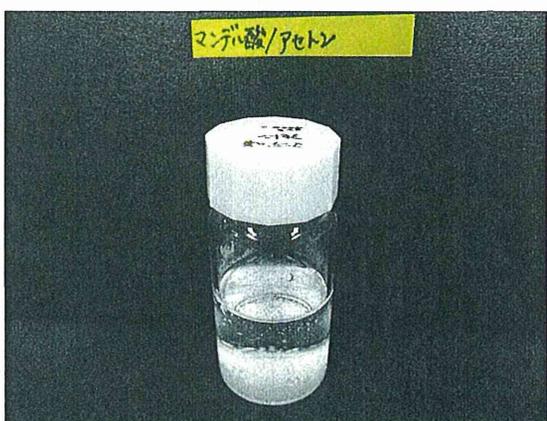
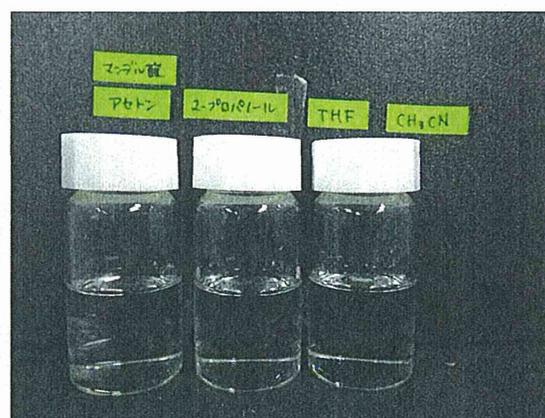
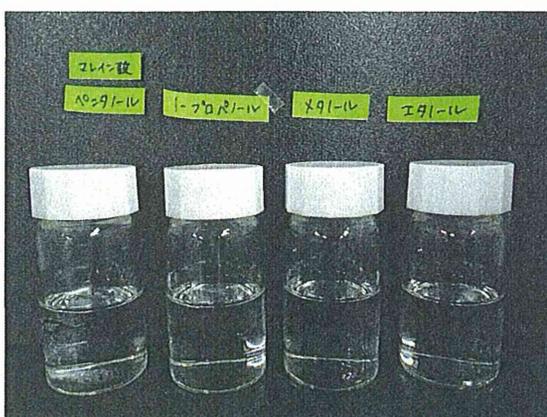
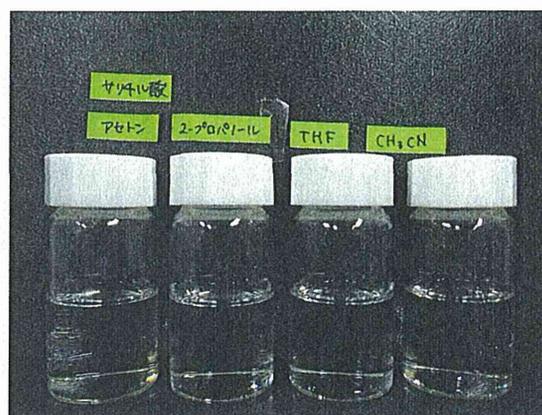
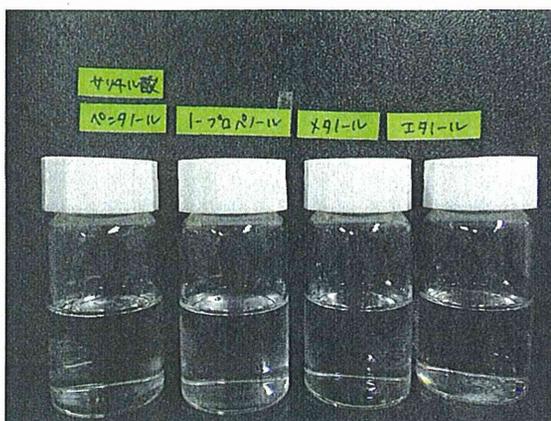
## 添付資料 2

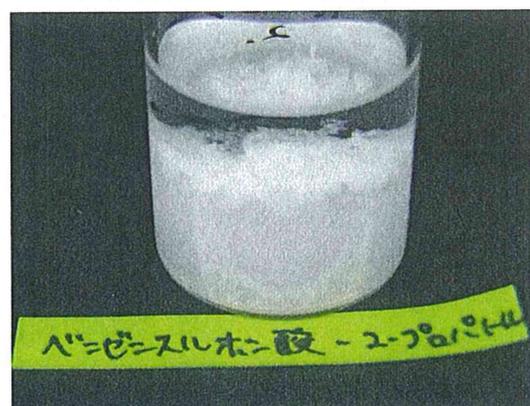
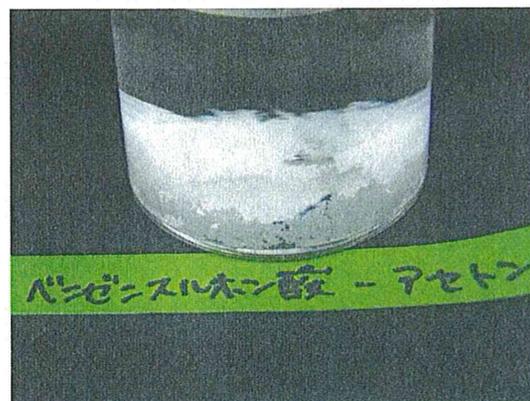
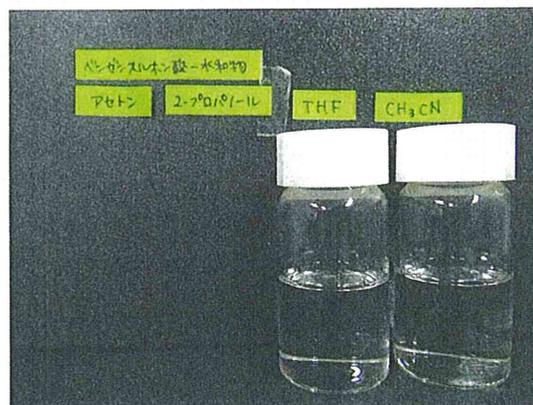
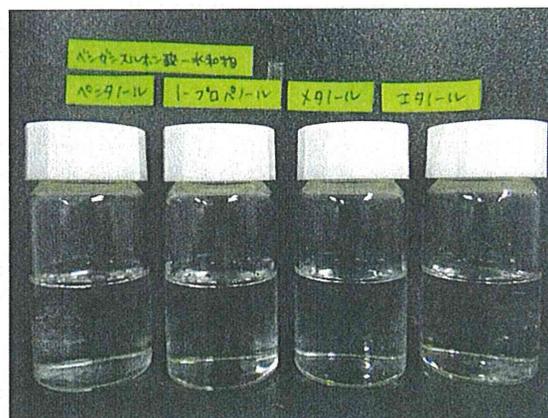
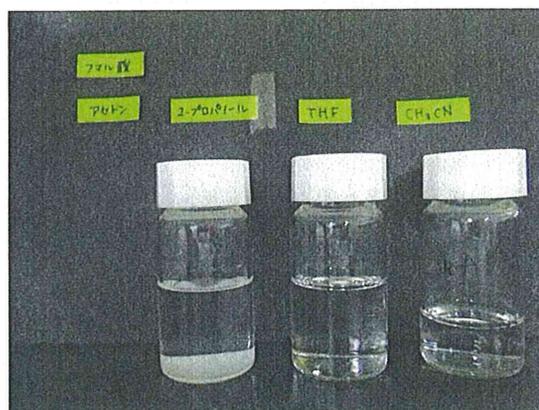
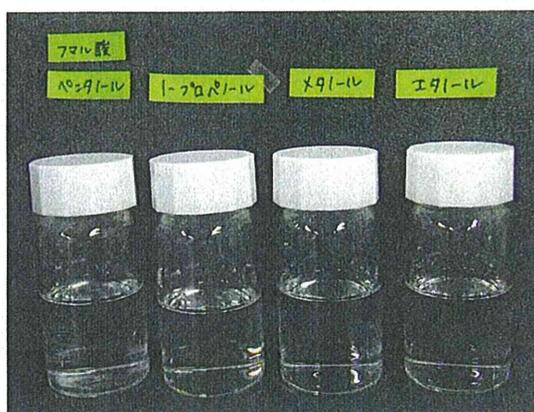
## 2-1 再結晶スクリーニングの結果









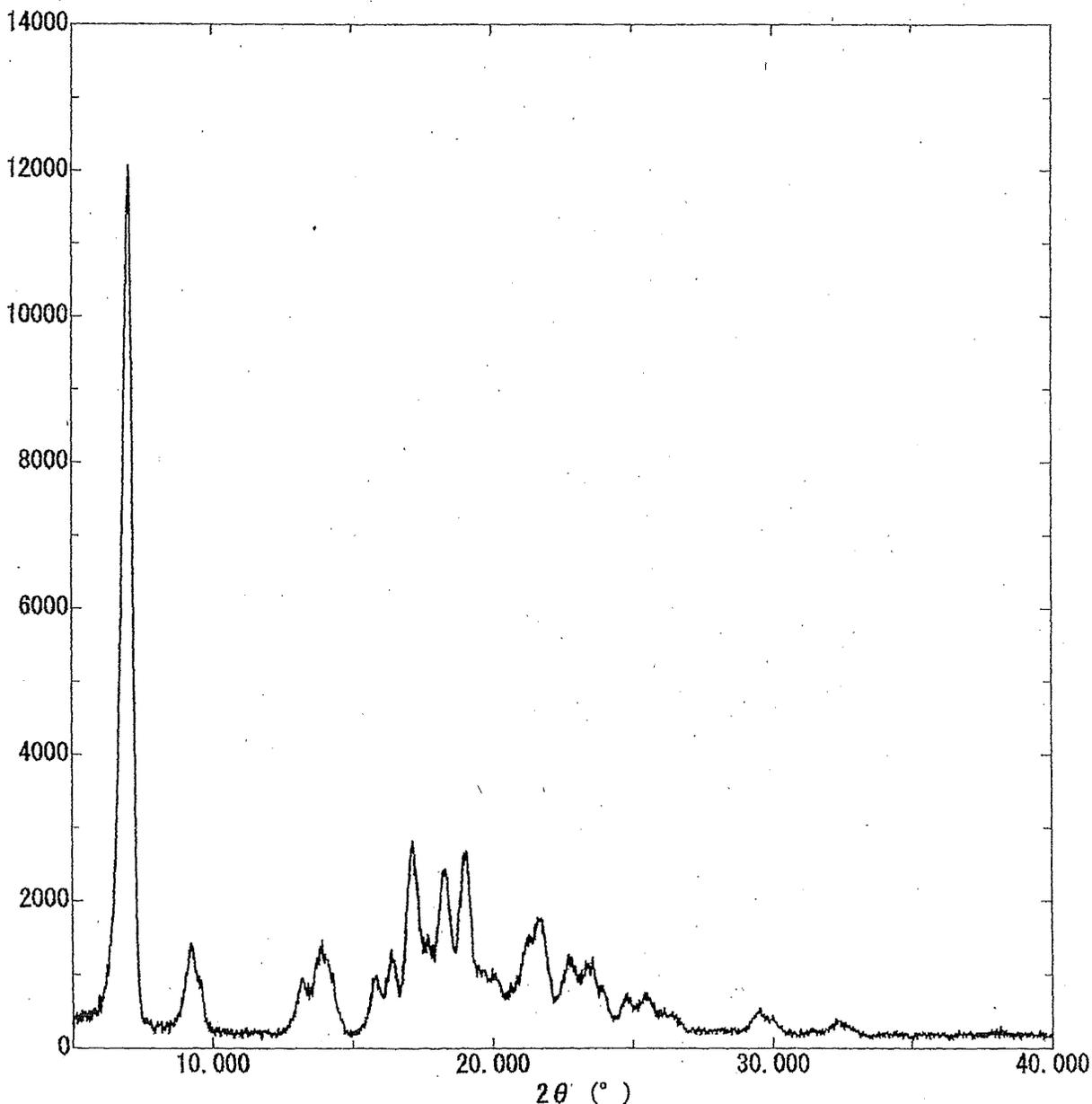


P092

生データ

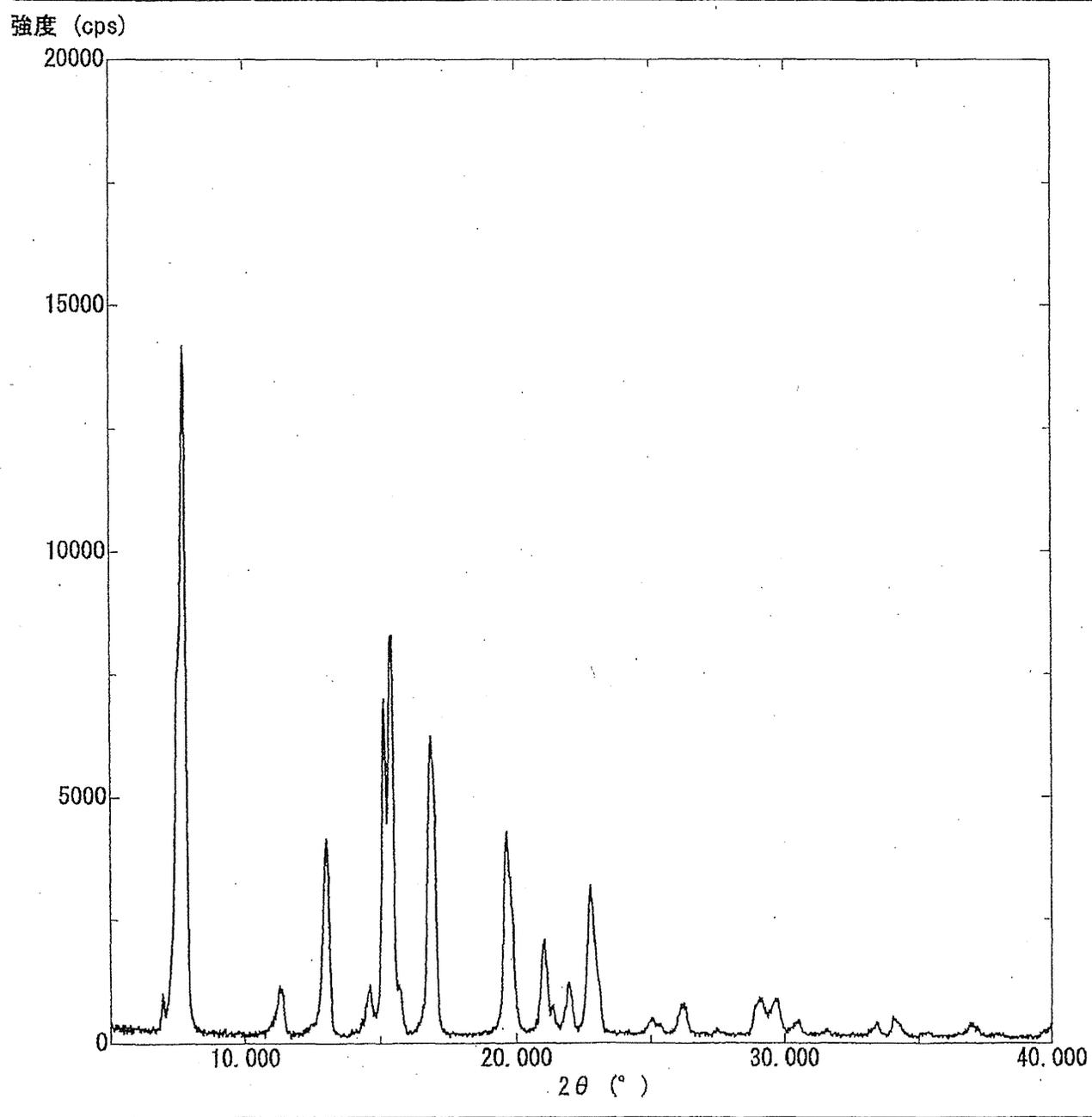
サンプル名	: P092EGWYC-HT-01	ファイル	: P092EGWYC-HT.raw
コメント	:	測定日	: 13-May-13 04:19:52
測定者	: Administrator		
燃	:		
X線	: Cu / 30 kV / 15 mA		
ゴニオメータ	: MiniFlex II ゴニオメータ +		
アタッチメント	: 標準試料ホルダ		
試料番号	: 1		
フィルタ	: 不使用	発散スリット +	: 1.25°
インシデントモノクロ	: 不使用	散乱スリット	: 1.25°
カウンタモノクロメータ	: 固定モノクロメータ	受光スリット	: 0.3mm
カウンタ	: シンチレーションカウンタ (MiniFlex II)	モノクロ受光スリット	: 0.8mm
走査モード	: 連続	スキャンスピード	: 5.000 °/min.
サブリンク幅	: 0.020 °	走査軸	: 2θ/θ
走査範囲	: 5.000 ~ 40.000 °	θオフセット	: 0 °
積算回数	: 1		

強度 (cps)



生データ

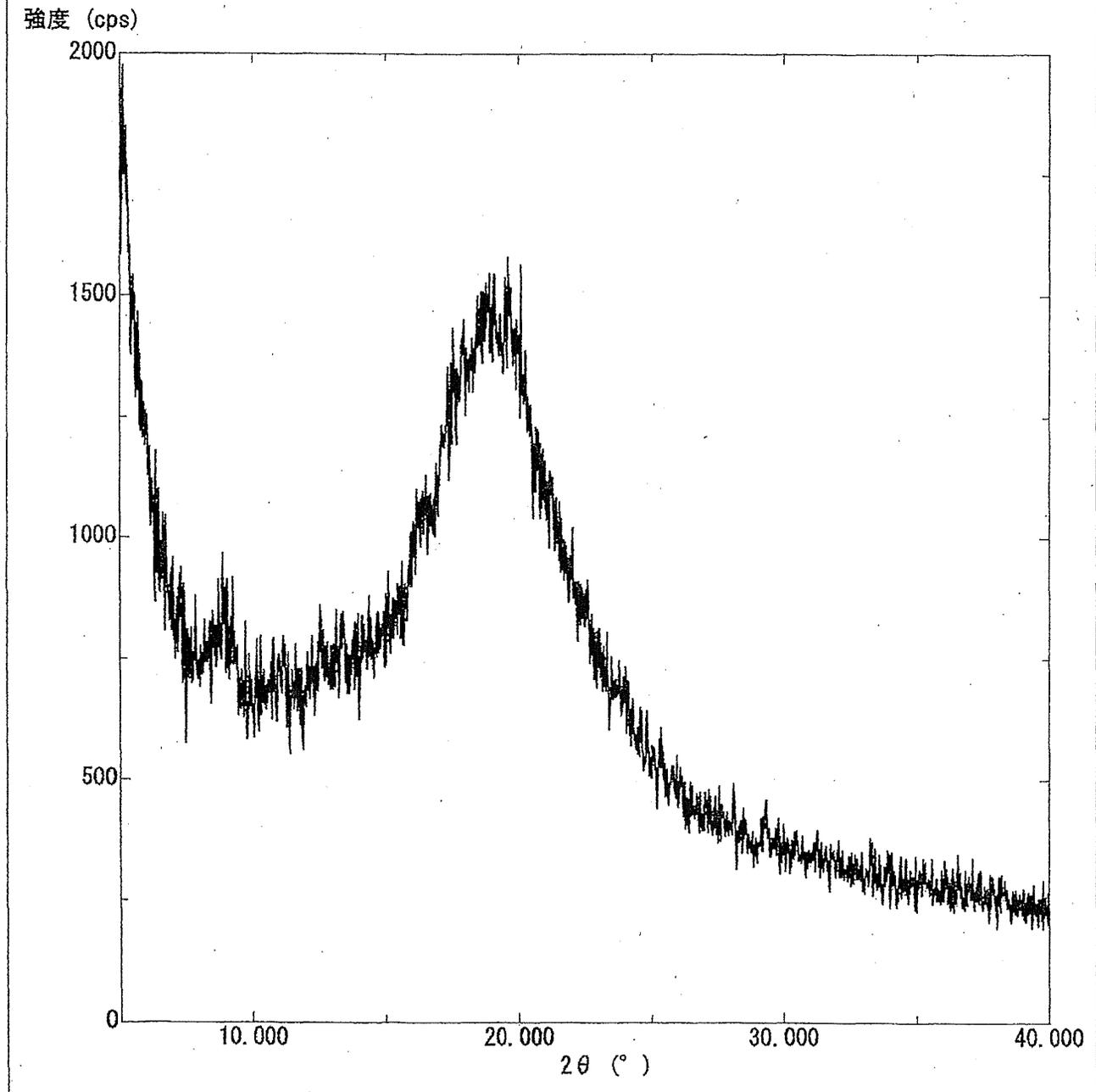
サンプル名	: P092SucAcCN-02s	ファイル	: P092SucAcCN02s.raw
コメント	:	測定日	: 28-May-13 00:51:22
測定者	: Administrator		
燃	:		
X線	: Cu / 30 kV / 15 mA		
ジオメータ	: MiniFlex II ジオメータ +		
アタッチメント	: 標準試料ホルダ		
試料番号	: 1		
フィルタ	: 不使用	発散スリット +	: 1.25°
インテントモノクロ	: 不使用	散乱スリット	: 1.25°
カウンタモノクロメータ	: 固定モノクロメータ	受光スリット	: 0.3mm
カウンタ	: シンチレーションカウンタ (MiniFlex II)	モノクロ受光スリット	: 0.8mm
走査モード	: 連続	スキャンスピード	: 5.000° /min.
サンプル幅	: 0.020°	走査軸	: 2θ / θ
走査範囲	: 5.000 ~ 40.000°	θ オフセット	: 0°
積算回数	: 1		



酒石酸塩 - THF

### 生データ

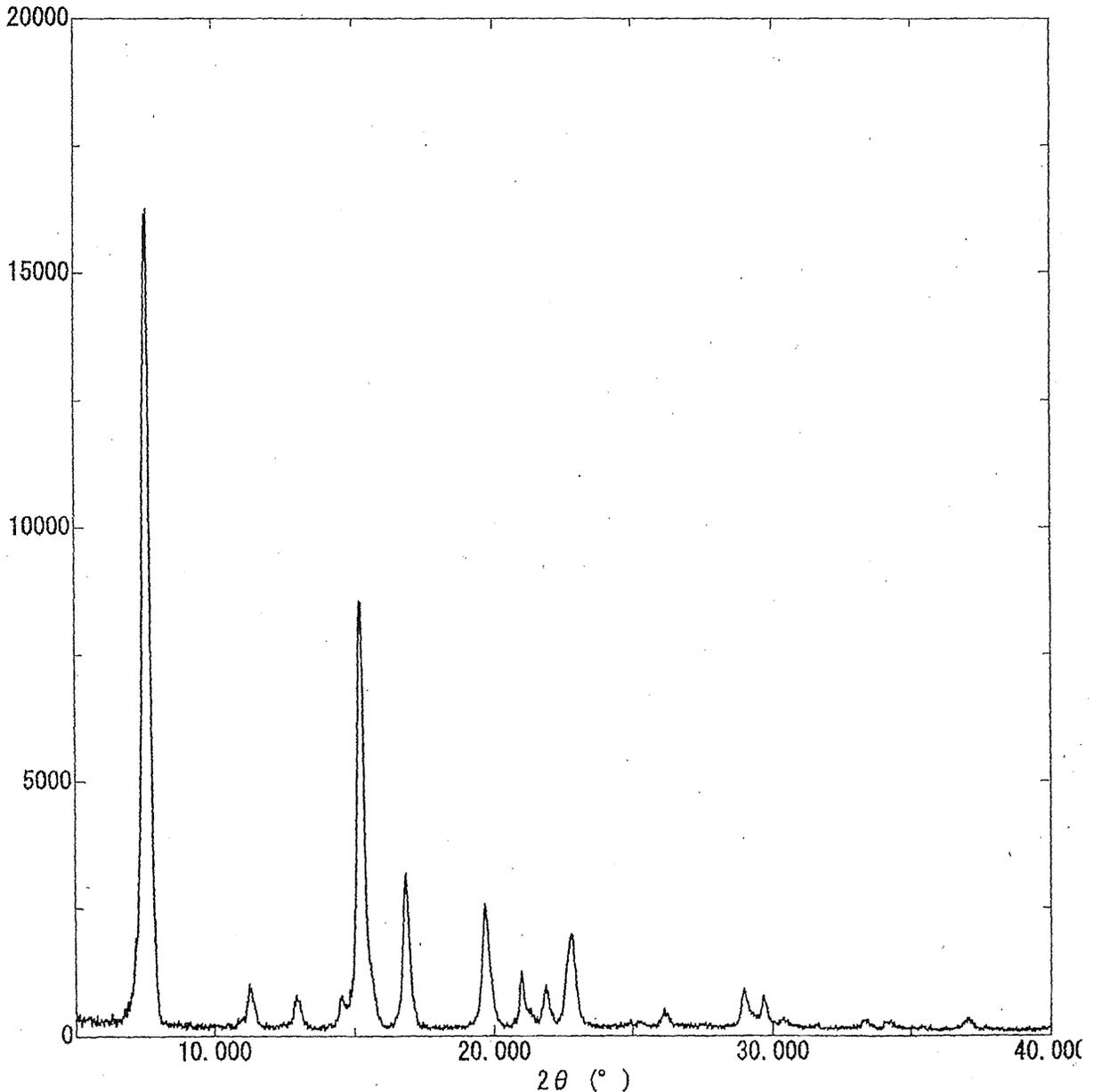
サンプル名	: P092TataTHF-02A	ファイル	: P092TataTHF02A.raw
コメント	:	測定日	: 24-May-13 03:13:03
測定者	: Administrator		
燃	:		
X線	: Cu / 30 kV / 15 mA		
ゴニオメータ	: MiniFlexII ゴニオメータ +		
アタッチメント	: 標準試料ホルダ		
試料番号	: 1		
フィルタ	: 不使用	発散スリット +	: 1.25°
インテントモノクロ	: 不使用	散乱スリット	: 1.25°
カウンタモノクロメータ	: 固定モノクロメータ	受光スリット	: 0.3mm
カウンタ	: シンチレーションカウンタ (MiniFlexII)	モノクロ受光スリット	: 0.8mm
走査モード	: 連続	スキャンスピード	: 5.000 ° /min.
サンプル幅	: 0.020 °	走査軸	: 2θ / θ
走査範囲	: 5.000 ~ 40.000 °	θ オフセット	: 0 °
積算回数	: 1		



生データ

サンプル名	: P092AcOHAcCN-03	ファイル	: P092AcOHAcCN03.raw
コメント	:	測定日	: 30-May-13 02:41:26
測定者	: Administrator		
測定機	:		
X線	: Cu / 30 kV / 15 mA		
ゴニオメータ	: MiniFlex II ゴニオメータ +		
アタッチメント	: 標準試料ホルダ		
試料番号	: 1		
フィルタ	: 不使用	発散スリット +	: 1.25°
インデントモノクロ	: 不使用	散乱スリット	: 1.25°
カウンタモノクロメータ	: 固定モノクロメータ	受光スリット	: 0.3mm
カウンタ	: シンチレーションカウンタ (MiniFlex II)	モノクロ受光スリット	: 0.8mm
走査モード	: 連続	スキャンスピード	: 5.000 ° /min.
サンプルリッジ幅	: 0.020 °	走査軸	: 2θ / θ
走査範囲	: 5.000 ~ 40.000 °	θ オフセット	: 0 °
積算回数	: 1		

強度 (cps)

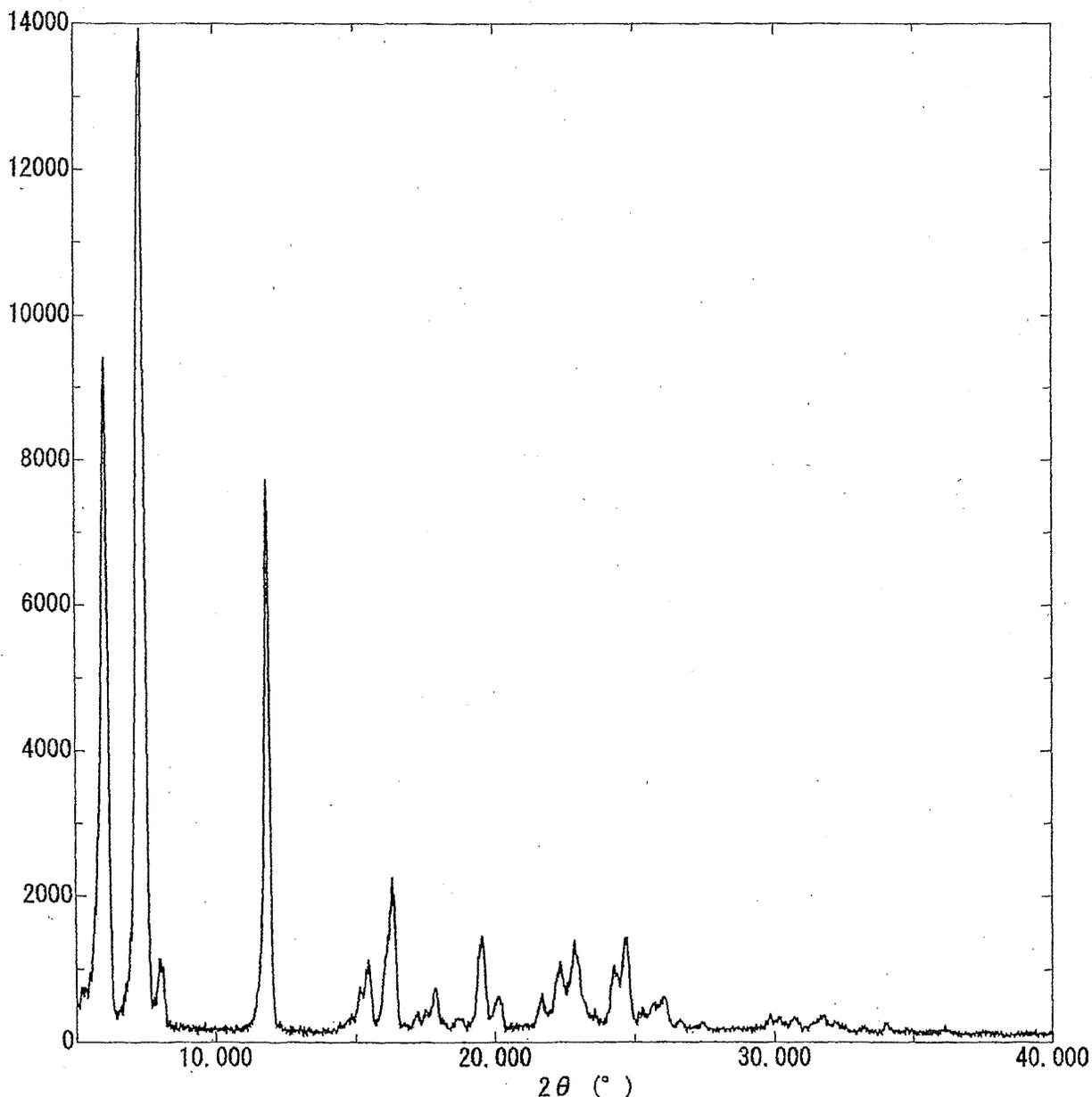


乳酸塩 - AcCN

生データ

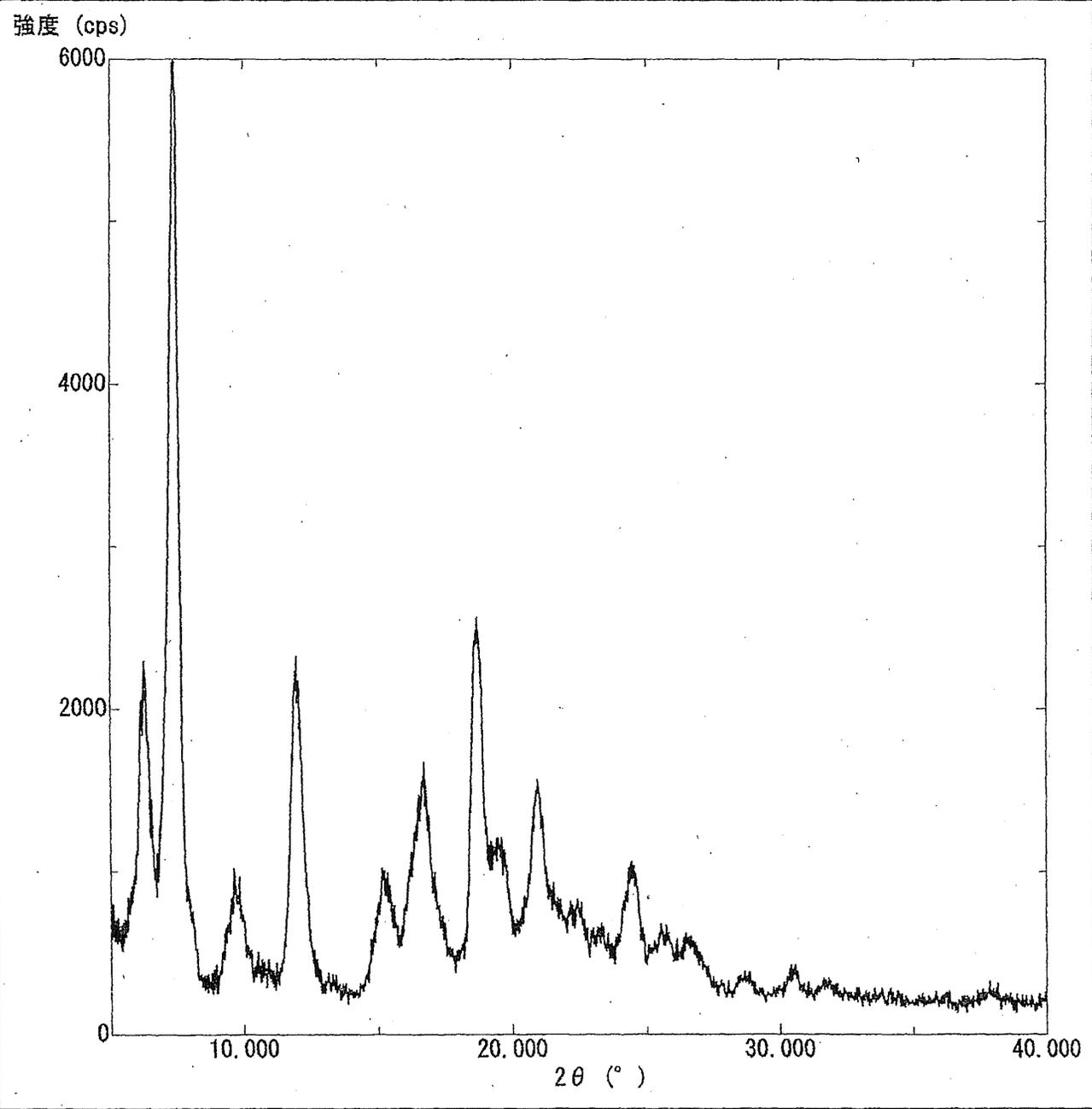
サンプル名	: P092LacAcCN-01	ファイル	: P092LacAcCN01.raw
コメント	:	測定日	: 22-May-13 22:24:28
測定者	: Administrator		
測定機	:		
X線	: Cu / 30 kV / 15 mA		
ゴニオメータ	: MiniFlex II ゴニオメータ +		
アタッチメント	: 標準試料ホルダ		
試料番号	: 1		
フィルタ	: 不使用	発散スリット +	: 1.25°
インテントモノクロ	: 不使用	散乱スリット	: 1.25°
カウンタモノクロメータ	: 固定モノクロメータ	受光スリット	: 0.3mm
カウンタ	: シンチレーションカウンタ (MiniFlex II)	モノクロ受光スリット	: 0.8mm
走査モード	: 連続	スキャンスピード	: 5.000 ° /min.
サブリンク幅	: 0.020 °	走査軸	: 2θ / θ
走査範囲	: 5.000 ~ 40.000 °	θ オフセット	: 0 °
積算回数	: 1		

強度 (cps)



生データ

サンプル名	: P092ManIPA-02H	ファイル	: P092ManIPA02H.raw
コメント	:	測定日	: 30-May-13 02:01:58
測定者	: Administrator		
X線	: Cu / 30 kV / 15 mA		
ゴニオメータ	: MiniFlex II ゴニオメータ +		
アタッチメント	: 標準試料ホルダ		
試料番号	: 1		
フィルタ	: 不使用	発散スリット +	: 1.25°
インデントモノクロ	: 不使用	散乱スリット	: 1.25°
カウンタモノクロメータ	: 固定モノクロメータ	受光スリット	: 0.3mm
カウンタ	: シンチレーションカウンタ (MiniFlex II)	モノクロ受光スリット	: 0.8mm
走査モード	: 連続	スキャンスピード	: 5.000 ° /min.
サンプル幅	: 0.020 °	走査軸	: 2θ / θ
走査範囲	: 5.000 ~ 40.000 °	θ オフセット	: 0 °
積算回数	: 1		

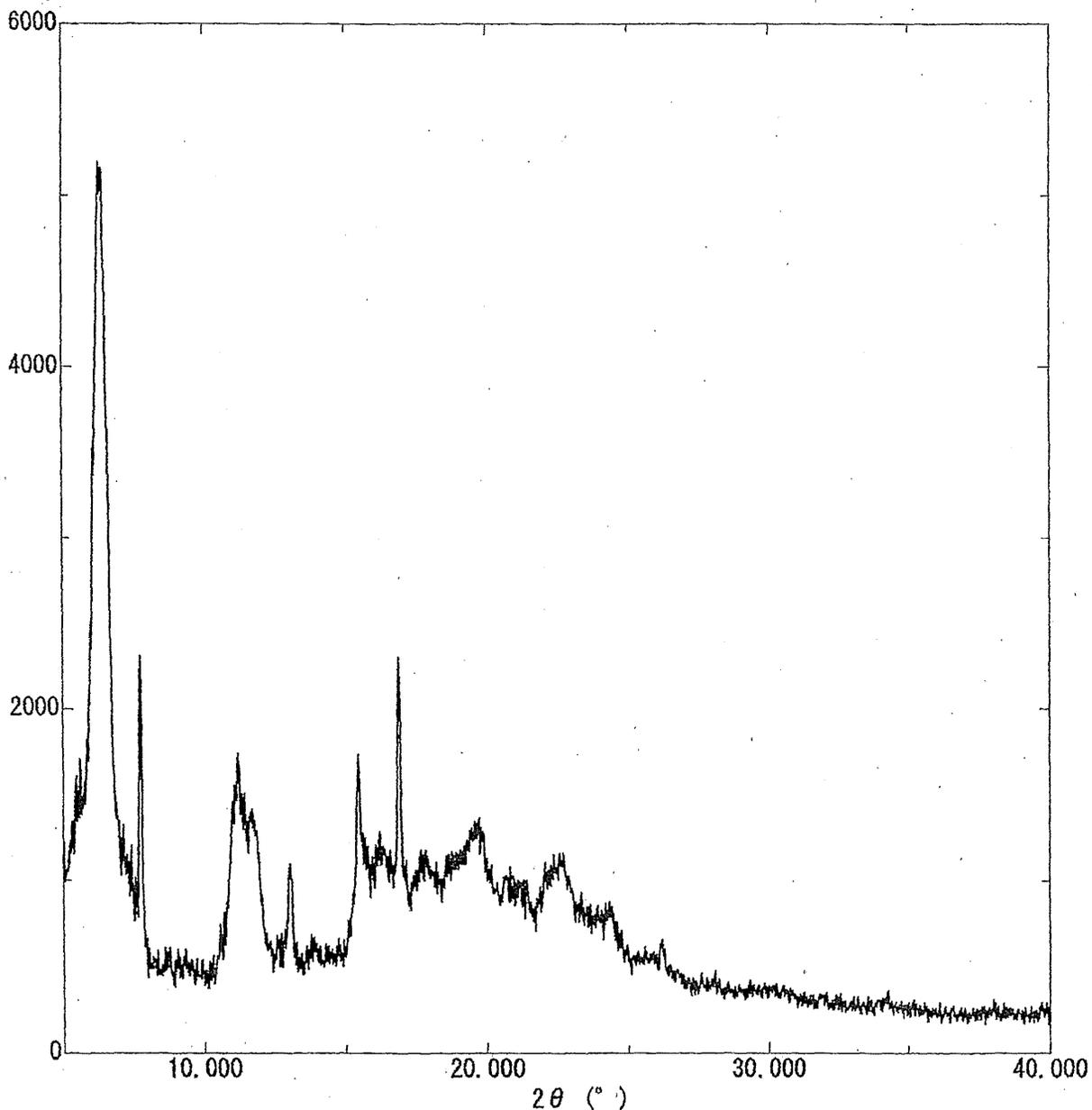


マニリン酸塩 - AcCN

## 生データ

サンプル名	: P092ManAcCN-02H	ファイル	: P092ManAcCN02H.raw
コメント	:	測定日	: 30-May-13 02:13:34
測定者	: Administrator		
燃	:		
X線	: Cu / 30 kV / 15 mA		
ゴニオメータ	: MiniFlexII ゴニオメータ +		
アタッチメント	: 標準試料ホルダ		
試料番号	: 1		
フィルタ	: 不使用	発散スリット +	: 1.25°
インデントモノクロ	: 不使用	散乱スリット	: 1.25°
カウンタモノクロメータ	: 固定モノクロメータ	受光スリット	: 0.3mm
カウンタ	: シンチレーションカウンタ (MiniFlexII)	モノクロ受光スリット	: 0.8mm
走査モード	: 連続	スキャンスピード	: 5.000 ° /min.
サンプル幅	: 0.020 °	走査軸	: 2θ / θ
走査範囲	: 5.000 ~ 40.000 °	θオフセット	: 0 °
積算回数	: 1		

強度 (cps)

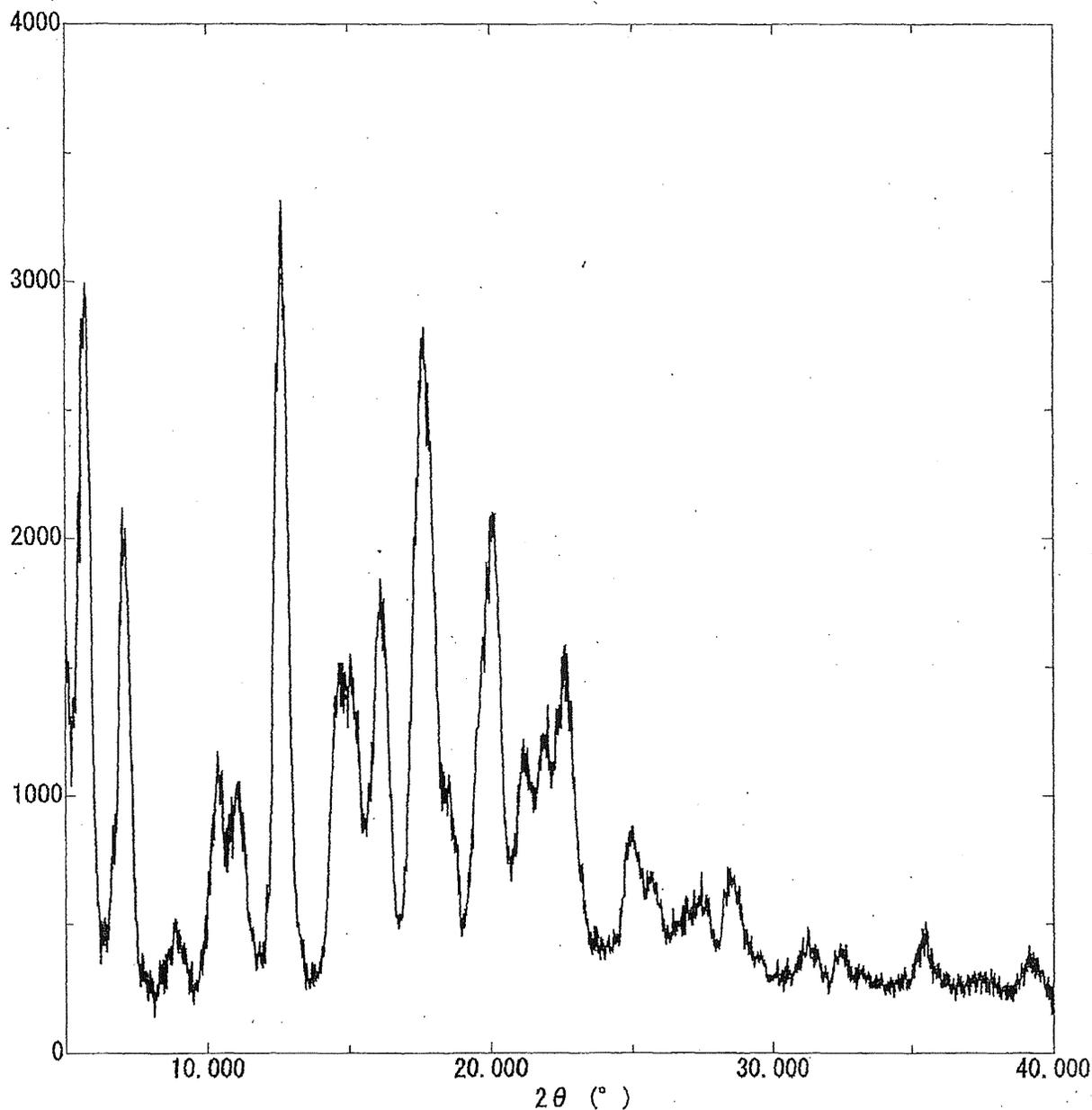


フマル酸塩-アセトン

## 生データ

サンプル名	: P092FAcTon-02	ファイル	: P092FACTon02.raw
コメント	:	測定日	: 28-May-13 01:10:21
測定者	: Administrator		
元	:		
X線	: Cu / 30 kV / 15 mA		
ゴニオメータ	: MiniFlex II ゴニオメータ +		
アタッチメント	: 標準試料ホルダ		
試料番号	: 1		
フィルタ	: 不使用	発散スリット +	: 1.25°
インデントモノクロ	: 不使用	散乱スリット	: 1.25°
カウンタモノクロメータ	: 固定モノクロメータ	受光スリット	: 0.3mm
カウンタ	: シンチレーションカウンタ (MiniFlex II)	モノクロ受光スリット	: 0.8mm
走査モード	: 連続	スキャンスピード	: 5.000 ° /min.
サンプル幅	: 0.020 °	走査軸	: 2θ / θ
走査範囲	: 5.000 ~ 40.000 °	θ オフセット	: 0 °
積算回数	: 1		

強度 (cps)



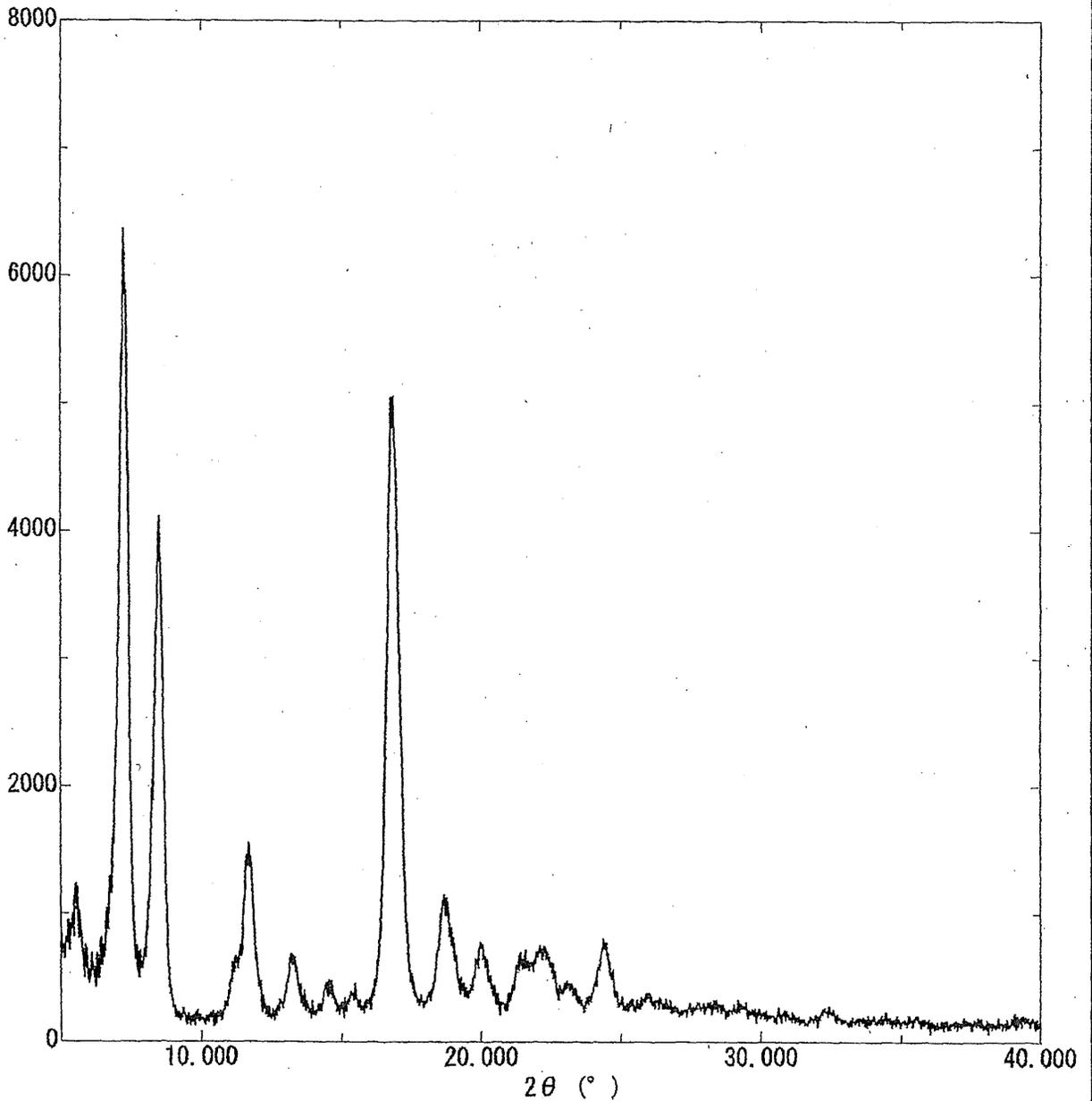
2013-May-28 01:17:26 Page-1

ベンゼンスルホン酸塩 - IPA

## 生データ

サンプル名	: P092BZSIPA-02	ファイル	: P092BZSIPA02.raw
コメント	:	測定日	: 24-May-13 02:50:53
測定者	: Administrator		
燃	:		
X線	: Cu / 30 kV / 15 mA		
ゴニオメータ	: MiniFlex II ゴニオメータ +		
アタッチメント	: 標準試料ホルダ		
試料番号	: 1		
フィルタ	: 不使用	発散スリット +	: 1.25°
インデントモノクロ	: 不使用	散乱スリット	: 1.25°
カウンタモノクロメータ	: 固定モノクロメータ	受光スリット	: 0.3mm
カウンタ	: シンチレーションカウンタ (MiniFlex II)	モノクロ受光スリット	: 0.8mm
走査モード	: 連続	スキャンスピード	: 5.000 ° / min.
サンプルリク幅	: 0.020 °	走査軸	: 2θ / θ
走査範囲	: 5.000 ~ 40.000 °	θ オフセット	: 0 °
積算回数	: 1		

強度 (cps)



2013-May-24 02:57:59 Page-1

生データ

サンプル名	: P092BZSTHF-02	ファイル	: P092BZSTHF02.raw
コメント	:	測定日	: 28-May-13 01:18:57
測定者	: Administrator		
測定機	:		
X線	: Cu / 30 kV / 15 mA		
ジオメータ	: MiniFlex II ジオメータ +		
アタッチメント	: 標準試料ホルダ		
試料番号	: 1		
フィルタ	: 不使用	発散スリット +	: 1.25°
インデントモノクロ	: 不使用	散乱スリット	: 1.25°
カウンタモノクロメータ	: 固定モノクロメータ	受光スリット	: 0.3mm
カウンタ	: シンチレーションカウンタ (MiniFlex II)	モノクロ受光スリット	: 0.8mm
走査モード	: 連続	スキャンスピード	: 5.000 ° /min.
サブリンク幅	: 0.020 °	走査軸	: 2θ / θ
走査範囲	: 5.000 ~ 40.000 °	θ オフセット	: 0 °
積算回数	: 1		

強度 (cps)

